



(18) BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

# Offenlegungsschrift

(10) DE 198 52 833 A 1

(51) Int. Cl. 7:

H 01 J 37/28

H 01 J 37/21

G 01 N 21/84

G 01 H 17/00

// G01N 33/44,33/483

(21) Aktenzeichen: 198 52 833.7

(22) Anmeldetag: 17. 11. 1998

(43) Offenlegungstag: 18. 5. 2000

(71) Anmelder:

Stifter, Thomas, 89281 Altenstadt, DE

(74) Vertreter:

Tilger, B., Dipl.-Phys. Dr.rer.nat., Pat.-Anw., 64646 Heppenheim

(72) Erfinder:

Stifter, Thomas, 89281 Altenstadt, DE; Brunner, Robert, Dr., 07743 Jena, DE; Marti, Othmar, Prof. Dr., 89075 Ulm, DE

(56) Entgegenhaltungen:

DE	195 10 368 A1
US	52 83 442
US	49 47 034

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

(54) Verfahren zur Bestimmung des Abstandes einer Nahfeldsonde von einer zu untersuchenden Probenoberfläche und Nahfeldmikroskop

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Bestimmung des Abstandes einer Rastersonde eines Rastersondenmikroskopes von einer zu untersuchenden Probenoberfläche umfassend die folgenden Schritte:  
 - die Rastersonde wird zu Schwingungen lateral zu einer zu untersuchenden Oberfläche angeregt;  
 - wenigstens ein Amplituden- und/oder Frequenz- und/oder Phasensignal der schwingenden Rastersonde werden aufgenommen.

Die Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, daß

- der Schwingung der Rastersonde lateral zu der zu untersuchenden Probenoberfläche eine vertikal oszillierende Bewegung von Rastersonde und zu untersuchender Probenoberfläche relativ zueinander überlagert ist und
- aus dem Amplituden- und/oder Frequenz- und/oder Phasensignal mindestens der Abstand von Rastersonde zu Probenoberfläche bestimmt wird.

DE 198 52 833 A 1

DE 198 52 833 A 1

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Bestimmung des Abstandes einer Rastersonde eines Rastersondenmikroskopes von einer zu untersuchenden Probenoberfläche, wobei die Nahfeldsonde zu Schwingungen lateral zu einer zu untersuchenden Probenoberfläche angeregt wird und wenigstens ein Amplituden- und/oder Frequenzsignal der schwingenden Rastersonde aufgenommen wird.

Neben dem Verfahren zur Abstandsbestimmung stellt die Erfindung auch ein Abbildungsverfahren zur Abbildung der Topographie einer Probenoberfläche sowie ein Rastersondenmikroskop, insbesondere ein optisches Rastersondenmikroskop zur Verfügung, das mindestens eine Halterung für eine zu untersuchende Probenoberfläche sowie mindestens eine Einrichtung zum Anregen von oszillierenden Bewegungen der Rastersonde wenigstens in der Ebene der zu untersuchenden Probenoberfläche umfaßt.

Zur Familie der Rastersondenmikroskopie zählen beispielsweise die optische Nahfeldmikroskopie (abgekürzt SNOM: scanning near-field optical microscopy), die Raster-tunnelmikroskopie (STM) und die Kraftmikroskopie (SFM) sowie die Elektrochemische Rastermikroskopie (SECM). Nachfolgend soll, ohne daß hierin eine Beschränkung des erfindungsgemäßen Verfahrens zu sehen wäre, dieses mit Bezug auf die optische Nahfeldmikroskopie näher erläutert werden.

Für den Fachmann lassen sich die allgemeinen Prinzipien ohne weiteres auf andere Arten der Rastersondenmikroskopie übertragen. Die optische Nahfeldmikroskopie ermöglicht es, das klassische, beugungsbegrenzte Auflösungslimit zu umgehen und Strukturen zu untersuchen, die weit kleiner sind als die halbe Wellenlänge des verwendeten Lichtes.

Zum Betrieb eines optischen Nahfeldmikroskopes muß eine kleine Apertur auf wenige Nanometer an die zu untersuchende Probenoberfläche gebracht werden. Licht, das aus dieser Apertur emittiert wird, tritt in Wechselwirkung mit Probe und kann anschließend mit Hilfe einer geeigneten Sammelloptik und einem Detektor ausgewertet werden. Eine Umkehrung des Lichtweges (d. h. externe Beleuchtung, Sammeln des Lichtes mit der Faser) ist ebenfalls möglich. Ein Bild wird dadurch erzeugt, daß die Sonde (Apertur) Punkt für Punkt und Zeile für Zeile über die Oberfläche bewegt wird und die dabei gewonnenen Daten elektronisch ausgewertet und zu einem Bild zusammengesetzt werden.

Eine Art der in der Nahfeldoptik verwendeten Sonden sind durch Ätzen und/oder Ziehen hergestellte, verjüngte Glasfasern, die so mit Metall beschichtet sind, daß nur der vorderste Bereich der Faser lichtdurchlässig bleibt (Apertur). Betreffend diese Sonden wir auf E. Betzig, J. K. Trautmann, T. D. Harris, J. S. Weiner und R. L. Kostelak, *Science*, 257: 1468–1470, 1991 verwiesen, wobei der Offenbarungsgehalt dieser Schrift vollumfänglich in die vorliegende Anmeldung mit aufgenommen wird.

Zur Bestimmung der Topographie der Probenoberfläche bzw. des Abstandes zwischen Sonde und Oberfläche und deren Regelung während der Messung konstant zu halten, wird beispielsweise die Scherkraftdetektionsmethode eingesetzt. Diesbezüglich wird auf E. Betzig, P. L. Finn und J. S. Weiner, *Appl. Phys. Lett.*, 60: 2484–2486, 1992 und R. Toledo-Crow, P. C. Yan, Y. Chen und M. Vaez-Iravani, *Appl. Phys. Lett.*, 60: 2957–2959, 1992 verwiesen. Der Offenbarungsgehalt dieser Schriften wir in die vorliegende Anmeldung vollumfänglich mit einbezogen.

Beim Scherkraftdetektionsverfahren wird die Glasfaser-sonde, die sich nahezu senkrecht zur Oberfläche befindet, in mechanische Resonanz versetzt, so daß sie laterale Schwingungen, d. h. Schwingungen parallel zur Oberfläche, aus-

führt. Der Frequenzbereich der Resonanz liegt dabei, je nach Spitzengeometrie, vorzugsweise zwischen 10 kHz und 4000 kHz. Bei Annäherung der Glasfaser spitze an die Oberfläche treten bei einem Abstand von wenigen Nanometern vorzugsweise weniger als 30 nm zwischen Spitze und Probe wirkende Scherkräfte auf, die eine Amplituden- und Phasenänderung der Schwingung verursachen. Die Detektion der Amplituden- und/oder Frequenz und/oder Phasenänderung kann zur Regelung des Abstandes zwischen Sonde und 10 Oberfläche benutzt werden bzw. zur Ermittlung der Topographie der Probenoberfläche.

Zur Messung von Amplitude, Frequenz bzw. Phase der Spitzenoszillation wurden verschiedene Detektionsverfahren entwickelt, wobei zwischen optischen und nichtoptischen Verfahren unterschieden werden kann. Betreffend das optische Detektionsverfahren wird auf

- E. Betzig, P. L. Finn, J. S. Weiner, *Appl. Phys. Lett.*, 60: 2484–2486, 1992
- R. Toledo-Crow, P. c. Young, Y. Chen und M. Vaez-Iravani, *Appl. Phy. Lett.*, 60: 2957–2959, 1992 sowie
- R. D. Grober, T. D. Harris, J. K. Trautman und E. Betzig, *Rev. Sci. Instrum.*, 65: 626–631, 1994

25 betreffend die nichtoptischen Verfahren auf

- J. W. P. Hsu, Mark Lee und B. S. Deaver, *Rev. Sci. Instrum.*; 66: 3177–3181, 1995
- K. Karrai und R. D. Grober, *Appl. Phys. Lett.*, 66: 1842–1844, 1995
- J. Barenz, O. Hollricher und O. Marti, *Rev. Sci. Instrum.*, 67: 1912–1916, 1996
- R. Brunner, A. Bietsch, O. Hollricher und O. Marti, *Rev. Sci. Instrum.*, 68: 1769 1772, 1997

35 verwiesen, wobei der Offenbarungsgehalt dieser Schriften in die vorliegende Anmeldung vollumfänglich mit aufgenommen wird.

Es hat sich gezeigt, daß die Amplitude erst bei einem Abstand von wenigen Nanometern zur Probe einen Abfall zeigt, so daß erst in diesem Bereich eine regelbare Wechselwirkung zwischen Sonde und Oberfläche vorliegt.

Um die Topographie nahfeldoptischer Abbildungen zu erhalten, wurde bislang stets auf konstante Scherkraft geregelt, d. h. die Sonde befand sich während der gesamten Aufnahme bzw. Messung im Wechselwirkungsbereich zur Oberfläche. Alternativ zur Regelung auf konstante Scherkraft wurde vorgeschlagen, den Abstand zwischen Probe und Probenspitze konstant zu halten. Diesbezüglich wird 50 auf

- P. I. James, L. F. Garfas-Mesias, P. I. Moyer, W. H. Smyre "Scanning Electrochemical Microscopy with Simultaneous Independent Topography", *J. Electrochem. Soc.* Vol. 145, No. 4, p. L64–L66

55 verwiesen, deren Offenbarungsgehalt vollumfänglich in die vorliegende Anmeldung mit aufgenommen wird. Obenge nanntes Dokument hatte im speziellen die Untersuchung elektrochemischer Reaktionen auf der Probenfläche zum Gegenstand.

Dadurch, daß bei den Meß- bzw. Abbildungsverfahren gemäß dem Stand der Technik sich die Sonde während der gesamten Messung im Wechselwirkungsbereich zur Oberfläche befindet, werden Sonde und Probe auch während der gesamten Aufnahmezeit durch Scherkräfte belastet. Diese andauernde Belastung während der Messung, kann bei wei-

chen Proben zu einer Deformation oder sogar vollständigen Zerstörung der Probe bzw. Probenoberfläche führen. Neben einer Zerstörung der Probenoberfläche kann aufgrund der ständigen Belastung auch die Sonde beschädigt oder unbrauchbar werden. Insbesondere bei der Untersuchung von organischen Proben, beispielsweise weichen Polymeren und biologischen Proben, treten diese Probleme auf. Im Extremfall ist es aufgrund der zuvor geschilderten Probleme nicht möglich, die Oberflächen bzw. die Topographie solch weicher Proben abzubilden.

Aufgabe der Erfindung ist es somit, ein Verfahren und eine Vorrichtung anzugeben, mit dem die oben geschilderten Nachteile vermieden werden können, insbesondere soll ein Abbildungsverfahren angegeben werden, das auch die Untersuchung von weichen Proben, insbesondere deren Topographie, erlaubt sowie ein dementsprechendes Rastersondenmikroskop, insbesondere optisches Nahfeldmikroskop.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß bei einem Verfahren zur Bestimmung des Abstandes der Rastersonde der lateralen Schwingung der Rastersonde eine oszillierende Bewegung von Rastersonde und zu untersuchender Probe relativ zueinander überlagert ist. Aus dem aus der Relativbewegung von Rastersonde zu Probenoberfläche erhaltenen Amplituden- und/oder Frequenz- und/oder Phasensignalen wird dann mindestens der Abstand der Rastersonde von der Probe bestimmt.

In einer ersten Ausführungsform der Erfindung ist vorgesehen, daß die Rastersonde oszilliert, sowohl vertikal wie auch lateral.

Alternativ hierzu kann die Rastersonde vertikal fixiert sein und die Probenoberfläche oszilliert, vertikal beispielsweise dadurch, daß die Halterung, auf der die Probe angeordnet ist, in Schwingung gesetzt wird. Um eine ausgedehnte Probeninformation zu erhalten, kann der periodischen

Relativbewegung von Sonde und Probenoberfläche eine Scanbewegung in der x-y-Ebene überlagert sein, die kontinuierlich oder diskontinuierlich sein kann.

In einer vorteilhaften Ausführungsform, weist die vertikal oszillierende Bewegung einen sinusförmigen Verlauf auf.

Die Amplitude der vertikal oszillierenden Bewegung ist vorzugsweise im Bereich 10 nm bis 1 µm und die Frequenz im Bereich 10 Hz bis 10 kHz.

Besonders bevorzugt findet die Erfindung Anwendung in der optischen Nahfeldmikroskopie, ohne hierauf beschränkt zu sein. Betreffend die optische Nahfeldmikroskopie wird auf J. Barenz, O. Hoilricher und O. Marti "An easy-to-use non-optical shear-force distance control for near-field optical microscopes", Rev. Sci. Instrum. 67 (5), Mai 1996, Seiten 1912–1916, verwiesen, wobei der Offenbarungsgehalt dieser Schrift wird in die vorliegende Anmeldung vollenfänglich aufgenommen wird.

Neben den Verfahren zur Bestimmung des Abstandes stellt die Erfindung auch ein Abstandsregelverfahren für ein Rastersondenmikroskop zur Verfügung, bei dem der Abstand von Sonde und Probenoberfläche gemäß einem Verfahren, wie oben dargestellt, bestimmt wird und die Rastersonde bis zum Erreichen eines vorbestimmten Dämpfungs- und/oder Frequenzwertes an die Probe angenähert und dann von ihr abgefahren wird.

Das oben beschriebene Verfahren kann des weiteren mit einer entsprechenden Auswertelektronik zur Abbildung von Oberflächentopographien verwendet werden. Ein derartiges Verfahren kann beispielhaft die nachfolgenden Schritte umfassen:

- Zunächst wird an einem Startpunkt (0,0) der Probe für einen Abstand  $d_0$  (0,0) von Probensonde und Pro-

benoberfläche ohne vertikal oszillierende Bewegung der Probensonde ein Dämpfungswert  $S_0$  der lateral angeregten Schwingung bestimmt,  
 – die Probensonde wird zu vertikal oszillierenden Bewegungen angeregt und die Probenoberfläche Punkt für Punkt  $(x, y)$  abgerastet,  
 – für jeden Probenpunkt  $(x, y)$  wird die Dämpfung  $S_T$  der Probensonde bei Durchgang der vertikal oszillierenden Bewegung durch einen vorbestimmten Probenabstand  $d_T$  bestimmt,  
 – ist  $S_T > S_0$ , so wird der Abstand  $d_0(x, y)$  von Probensonde und Probenoberfläche vergrößert,  
 – ist  $S_T = S_0$ , so wird der Abstand  $d_0(x, y)$  konstant gehalten,  
 – ist  $S_T < S_0$ , so wird der Abstand  $d_0(x, y)$  von Probensonde und Probenoberfläche verkleinert,

so daß die derart bestimmten  $d_0(x, y)$  die Oberflächentopographie der Probe wiedergeben.

20 Die Erfindung stellt auch ein optisches Rastersondenmikroskop zur Verfügung, das eine Rastersonde aufweist, mindestens eine Halterung für eine zu untersuchende Probenoberfläche sowie mindestens eine Einrichtung zur Anregung von oszillierenden Bewegungen Rastersonde sowohl in der Ebene der zu untersuchenden Probenoberfläche (lateralen Schwingungen) wie senkrecht hierzu (vertikale Schwingungen).

25 Besonders bevorzugt weist das Rastersondenmikroskop zum Anregen der vertikal oszillierenden Bewegung wenigstens ein Piezoelement auf. Bereits mit einem Piezoelement ist es möglich, sowohl den Topographieausgleich sowie die Oszillation senkrecht zur zu untersuchenden Probenoberfläche anzuregen.

In einer verbesserten, fortgebildeten Ausführungsform 30 kann vorgesehen sein, die periodische Höhenmodulation und den Topographieausgleich mit Hilfe von zwei getrennten Piezosystemen vorzunehmen.

Um den Abstand der Probensonde von der Probenoberfläche regeln bzw. steuern zu können, ist in einer Fortbildung 40 der Erfindung vorgesehen, daß beispielsweise mit Hilfe einer elektronischen Schaltung eine Amplitudendämpfung der lateralen Schwingung vorgegeben wird, die durch die periodische Änderung des Abstandes zwischen Sonde und Oberfläche nicht überschritten werden darf. Die lateralschwingende Sonde und die Probe nähern sich dann periodisch soweit an, daß eine vorgegebene Amplitudendämpfung erreicht wird. Im Anschluß daran bewegen sie sich wieder von einander weg.

Die Erfindung soll nachfolgend anhand der Zeichnungen 45 beispielhaft beschrieben werden.

Es zeigen:

Fig. 1 den prinzipiellen Aufbau eines optischen Nahfeldmikroskopes;

Fig. 2 als Beispiel für ein Rastersondenmikroskop Amplitudendämpfung der Lateralschwingung von der Rastersonde in Abhängigkeit vom Abstand zwischen Rastersonde und Probenoberfläche;

Fig. 3A eine erste Ausführungsform der Umsetzung der Erfindung mit zwei Piezosystemen;

60 Fig. 3B eine zweite Ausführungsform der Umsetzung der Erfindung mit zwei Piezosystemen;

Fig. 3C eine dritte Ausführungsform der Erfindung mit einem Piezosystem;

65 Fig. 3D eine vierte Ausführungsform der Erfindung mit einem Piezosystem;

Fig. 4 die Amplitudendämpfung der Lateralschwingungen der Probespitze in Abhängigkeit vom Probenort;

Fig. 5 Flußdiagramm für ein Regelverfahren zur Bestim-

mung der Oberflächentopographie gemäß der Erfindung;

**Fig. 6** Abbildung einer Styrol-Butadien-Styrol-Oberfläche mit einem Abbildungsverfahren gemäß der Erfindung.

In **Fig. 1** ist beispielhaft für ein Rastersondenmikroskop der prinzipielle Aufbau eines optischen Nahfeldmikroskopes gezeigt, ohne daß die Erfindung hierauf beschränkt ist. Die Erfindung ist anwendbar für jede Art der Rastersondenmikroskopie, die ein vertikales Verfahren der Rastersonde ermöglicht, beispielsweise auch die elektrochemische Rastersondenmikroskopie mit einer dünnen Kapillaren, wie in P. I. James, L. F. Garfias-Mesias, P. J. Moyer, W. H. Sruy, "Scanning Electrochemical Microscopy with Simultaneous Independent Topography", a.a.O. beschrieben.

Das in **Fig. 1** gezeigte optische Nahfeldmikroskop umfaßt eine Nahfeldsonde 1, die vorliegend als dünne Glasfaser spitze ausgebildet und von einem Arm 3 gehalten wird. Die Probe 5 kann mit Hilfe der nahfeldoptischen Sonde 1 in der dargestellten Beobachtungsposition untersucht werden.

Lichtquellen für die nahfeldoptische Untersuchung sind Laser 9 die monochromatisches Licht einer bestimmten Wellenlänge emittieren, beispielsweise bei einem He-Ne-Laser rotes Licht mit einer Wellenlänge von 633 nm.

Dieses Licht wird über Lichtwellenleiter 11 und einen Faserkoppler 13 zur Sondenspitze 15 geführt und dort emittiert.

Das die Probe 5 transmittierende Licht wird vom Objektiv 17 gesammelt, über Filter 19, Spiegel 21 zur Fotodiode 23 bei Stellung des Klappspiegels 25 in der dargestellten gestrichelten Position, geführt.

Durch Umklappen des Klappspiegels kann der Strahlengang anstelle auf die Detektionsdiode 25 auf die CCD-Kamera 27 gelenkt werden. Die CCD-Kamera 27 kann zur Ju stage der Optik, zur Charakterisierung der Spitzen und zur Auswahl eines geeigneten Probenausschnittes verwendet werden.

Ein Abrasten bzw. Abscannen der Probe in X-Y-Richtung, d. h. lateral, kann, beispielsweise wie vorliegend dargestellt, mit Hilfe eines Piezotisches, der Piezoelemente 29 zum Verschieben der Proben in X- und Y-Richtung aufweist, erfolgen. Der Rasterbereich des Piezotisches in der X-Y-Ebene beträgt in vorliegender Ausführungsform beispielsweise  $100 \times 100 \mu\text{m}$ . Um Piezohysterese-Effekte auszugleichen, wird der Tisch kapazitiv geregelt. Die laterale Auflösung beträgt beispielsweise 0,5 Nanometer. Das Scherkraftdetektionssignal der Nahfeldspitze wird über Leitung 31, das Signal der für die Verschiebung in X-Y-Richtung über Leitung 33 und das von der Detektionsdiode 23 aufgenommene Lichtsignal über Leitung 35 an die Meßeinheit 37 übermittelt, die einen Funktionsgenerator, einen Lock-in-Verstärker, einen Scherkraft-Regler, eine Piezosteuerung sowie eine AD/DA-Karte aufweisen kann. Die Ansteuerung der einzelnen Meßgeräte geschieht mit Hilfe eines Mikrocomputers 39, in dem die abgescannten Daten zu einem Bild zusammengesetzt werden. Das Bild umfaßt bei Einsatz eines optischen Nahfeldmikroskopes, wie zuvor beschrieben, sowohl ein optisches Signal, das von der Detektionsdiode 23 aufgenommen wird sowie topographische Information, die mit Hilfe des nachfolgend eingehend beschriebenen erfindungsgemäßen Verfahrens ermittelt wird. Die Scangeschwindigkeit zur Aufnahme des Bildes beträgt beispielsweise wenigstens 0,1 Zeile/s; vorzugsweise werden Geschwindigkeiten von 10 Zeilen/s erreicht.

Neben der dargestellten Ausführungsform der Erfindung, bei der als optisches Signal durch die Probe hindurchtreten-  
dcs, also transmittiertes Licht aufgenommen wird, ist es auch möglich, als optisches Signal von der Probe reflektiertes Licht aufzunehmen oder andere Arten von Rastersonden zur Detektion beispielsweise eines elektrochemischen Si-

gnals oder eines Kraftsignals zu verwenden ohne den Gedanken der Erfindung zu verlassen. Die dargestellte Ausführungsform eines nahfeldoptischen Mikroskopes ist daher nur beispielhaft und keineswegs abschließend zu verstehen.

**5** Insbesondere kommt für die nachfolgend in den **Fig. 2** bis 3 beschriebene Modulation der Spitze in z-Richtung jedwede Rastersonde in Betracht. Das Signal für die Modulation in z-Richtung, d. h. die vertikale Bewegung der Nahfeldsonde, aus dem die Topographie der Probenoberfläche ermittelt wird, wird über Leitung 41 an die Meßeinheit 37 übermittelt.

In **Fig. 2** ist die Amplitude der lateral angeregten Schwingung in der X-Y-Ebene in Abhängigkeit vom Abstand d, der beispielhaft für eine Rastersonde verwendeten Nahfeld-

**15** spitze 15 von der Probenoberfläche 5 in z-Richtung dargestellt. Ähnliche Abhängigkeiten ergeben sich auch für den Verlauf der Frequenz sowie der Phase der lateral angeregten Schwingung in der x-y-Ebene. Dicse Abhängigkeiten können ebenfalls zur Abstandsregelung bzw. Abbildung der **20** Oberflächentopographie gemäß der Erfindung genutzt werden.

Wie man aus **Fig. 2** erkennt, ist bei geringem Abstand der Spitze von der Probenoberfläche der Probe 5, beispielsweise beim in **Fig. 2** eingezeichneten Abstand  $d_2$  die Schwingungsamplitude stark gedämpft und beträgt aufgrund der **25** Dämpfung nur 60% des Wertes der Amplitude bei unendlich entfernter Spitze.

Wird die Spitze sehr weit von der Probe entfernt, wie in der rechten Abbildung von **Fig. 2** dargestellt, so findet eine **30** Dämpfung der Lateralschwingung nicht statt, das Amplitudensignal liegt bei etwa 100% des Wertes bei unendlich entfernter Spitze. Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren kann die Probe nun mehr zwischen den beiden in **Fig. 2** eingezeichneten Positionen, nämlich der Position mit Abstand  $d_2$  **35** zur Probenoberfläche und der zweiten Position mit Abstand  $d_1$  zur Probenoberfläche periodisch hin und her verfahren. Besonders eignen sich hierfür sinusförmige Vertikalschwingungen.

Hierdurch wird die tatsächliche Wechselwirkungszeit **40** zwischen Sonde und Probe während des Meßbetriebs sehr stark reduziert, so daß im Vergleich zu dem bisher verwendeten Methoden eine erheblich geringere Belastung der Probenoberfläche durch das abbildende Verfahren auftritt. Unter tatsächlicher Wechselwirkungszeit wird die Zeit verstanden, in der die Sonde, hier die optische Nahfeldspitze, sich **45** in einem Abstand zur Probe befindet, in der eine Abnahme der lateralen Schwingungsamplitude auftritt. Die oszillierende Bewegung senkrecht zur Probenoberfläche, d. h. in den eingezeichneten Ausführungsbeispielen in z-Richtung, **50** ist nicht auf rein sinusförmige Schwingungen begrenzt, vielmehr wird von der Erfindung jedwede Art der periodischen Annäherung und des Abfahrens der Spitze von der Probenoberfläche umfaßt. Der in **Fig. 2** dargestellte Bereich wird vorzugsweise mit einer periodischen Bewegung im Frequenzbereich von ca. 10 Hz bis 10 kHz und mit einer Amplitude von 10 nm bis 1  $\mu\text{m}$  durchfahren.

Die periodische Abstandsänderung zwischen Sonde und Probe kann mit Hilfe der verschiedensten Ausführungsformen eines Rastersondenmikroskopes realisiert werden. Vier solcher Beispiele sind in den **Fig. 3A** bis **3D** gezeigt.

In **Fig. 3A** ist eine Ausführungsform der Erfindung dargestellt, bei der ein Piezosystem für ein Verschieben der Probe in z-Richtung zum Topographieausgleich dient und ein zweites System die vertikale Oszillation durchführt.

**65** Die Probenoberfläche weist ein bestimmtes Höhenprofil oder eine bestimmte Topographie auf, die mittels der optischen Nahfeldmikroskopie abgebildet werden soll. Hierzu wird die Probespitze zu Lateralschwingungen in der X-Y-

Ebene angeregt. Der Abstand der Probenspitze von der Probenoberfläche wird mittels einer Scherkraftdetektionseinrichtung 100 ermittelt. Die Abrasterung der Probe in X-Y-Richtung erfolgt mit Hilfe eines X-Y-Scanners, der am Probentisch selbst angeordnet sein kann. Der Topographieausgleich, der notwendig ist, um die Probenoberfläche abilden zu können, wird mit Hilfe eines ebenfalls am Probentisch angeordneten Piezosystems 104 vorgenommen. Davon getrennt ist das Piezosystem 106, mit dem die Nahfeldspitze gemäß der Erfindung, und wie bei Fig. 2 ausführlich beschrieben, periodisch an die Probenoberfläche angenähert und von ihr abgefahren wird.

In Fig. 3B ist eine alternative Ausführungsform der Erfindung dargestellt. Das Piezosystem für den Topographieausgleich ist nunmehr direkt an der Spitze angeordnet, wohingegen das Piezosystem zur Höhenmodulation am Probentisch angebracht ist, d. h. die periodische Bewegung wird im Gegensatz zu Fig. 3A nunmehr dadurch erzeugt, daß anstelle der Spitze der Tisch relativ zur Spitze bewegt wird.

Gleiche Bauteile wie in Fig. 3A sind auch in Fig. 3B mit denselben Bezugsziffern belegt.

In den Fig. 3C und 3D sind Ausführungsformen der Erfindung dargestellt, bei denen sowohl die periodische Höhenmodulation wie der Topographieausgleich mit ein und demselben Piezosystem durchgeführt werden können.

Identische Bauteile wie bei den Ausführungsformen gemäß den Fig. 3A und 3B sind auch in den Fig. 3C und 3D mit denselben Bezugsziffern belegt. In Fig. 3C ist das gemeinsame Piezosystem für die Höhenmodulation wie auch den Topographieausgleich in den Probentisch integriert und mit der Bezugsziffer 200 bezeichnet. Die Rastersonde, vorliegend die Nahfeldspitze, ist am feststehenden Arm 202 befestigt, eine Bewegung in Richtung auf die Spitze zu und von ihr weg findet lediglich mit Hilfe des Probentisches statt.

Fig. 3D zeigt eine alternative Ausführungsform der Erfindung mit nur einem Piezosystem.

In diesem Falle ist das Piezosystem für die Höhenmodulation und den Topographieausgleich 200 am Arm der Rastersonde, vorliegend der Nahfeldspitze, angebracht und der Probentisch ist feststehend in z-Richtung. In diesem Falle wird lediglich die Spitze in z-Richtung relativ zur Probe bewegt.

Eine Möglichkeit einer Abstandsregelung und damit einer topographischen Abbildung der Probenoberfläche eines erfindungsgemäßen Rastersondenmikroskopes, wie in den Fig. 3A bis 3D dargestellt, besteht darin, daß mit Hilfe einer elektronischen Schaltung, eine Amplitudendämpfung der lateralen Schwingung vorgegeben wird, die durch die periodische Änderung des Abstandes zwischen Sonde und Oberfläche nicht überschritten werden darf. Die lateralschwingende Sonde und die Probe nähern sich dann periodisch soweit an, bis eine vorgegebene Amplitudendämpfung erreicht ist.

Das alternative Verfahren zur Abstandsregelung soll anhand der Fig. 4 und 5 eingehender beschrieben werden.

In Fig. 4 sind für zwei unterschiedliche Probenorte die Abhängigkeiten des Amplitudensignales S der lateral angeregten Schwingung in x-y-Richtung vom Probenabstand d angegeben. Kurve 400 beschreibt die Abhängigkeit im Startpunkt (0, 0); Kurve 402 die Abhängigkeit an einem beliebigen anderen Ort (x, y) der Probe.

Am Ort (0, 0) wird ausgehend vom Abstand  $d_0(0, 0)$  der Rastersonde von der Probenoberfläche eine Vertikalschwingung 404 angeregt. Im Abstand  $d_T$  der vorliegenden dem Zeitpunkt T des Nulldurchgangs der Schwingung und damit dem Abstand  $d_0(0, 0)$  entspricht, wird die Schwingungsamplitude  $S_T(0, 0)$  bestimmt. Stimmt diese mit einem vorgege- benen Wert  $S_0$  überein, so verbleibt die Spitze im Abstand  $d_0$ . Nun wird die Spitze zum Abrastern der Probe an den Ort x, y verfahren. Aufgrund einer anderen Höhe der Probe ergibt sich die Kurve 402 für den Verlauf der Schwingungs-

amplitude. Im Abstand  $d_T$  ergibt sich nun die Schwingungsamplitude  $S_T(x, y)$ , wenn eine Vertikalschwingung 404, wie am Ort (0, 0) angeregt wird. Ist  $S_T(x, y) < S_0(0,0)$  wie in vorliegendem Ausführungsbeispiel, so wird die Spitze angehoben, d. h. von der Probe entfernt. In der Position x, y befindet sich die Rastersonde, vorliegend die Nahfeldspitze im Abstand  $d_0(x, y)$ . Nunmehr wird wiederum eine Vertikalschwingung 406 angeregt. Im Zeitpunkt T des Nulldurchgangs entspricht nun die Schwingungsamplitude dem vorgegebenen Wert  $S_0$ .

15 Anschließend wird mit der Rastersonde ein weiterer Probenort abgetastet und das zuvor beschriebene Regelverfahren wiederholt. Auf diese Art und Weise wird über die Ermittlung von  $d_0(x, y)$  für alle x, y auf der Probenoberfläche die Topographie derselben erhalten.

20 Die zuvor beschriebene Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Ermittlung der Topographie der Oberfläche durch vertikal angeregte Schwingungen der Rastersonde und Aufnahme des Amplitudensignales der Lateral schwingung sind nochmals im Ablaufdiagramm Fig. 5 dargestellt.

25 Zunächst wird ein Abstand  $d_0$  der Rastersonde ohne vertikale Anregung eingestellt. Sodann erfolgt ein Abrastern der Probe; hierbei wird die Rastersonde zu einer vertikalen Schwingung mit vorbestimmter Amplitude und Frequenz 30 angeregt. Die Dämpfung wird zum Zeitpunkt T beispielsweise durch Setzen eines Triggersignales mit einer Auswerteelektronik aus dem Amplituden- bzw. Frequenz- oder auch Phasensignal der Vertikalschwingung ermittelt. Sodann erfolgt ein Vergleich mit dem vorgegebenen Sollwert 35  $S_0$  für die Dämpfung der lateralen Schwingung. Dieser Sollwert kann wiederum ein Amplituden-, Frequenz- oder Phasenwert sein. Ist  $S_0 < S_T$ , so wird der Abstand Sonde bzw. Spitze – Probenoberfläche verringert; ist  $S_0 > S_T$ , so wird er erhöht; wenn  $S_0 = S_T$ , unverändert gelassen.

40 Aus den derart ermittelten  $d_0(x, y)$  ergibt sich dann die Topographie der Probenoberfläche.

Neben der nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erhaltenen Topographieinformation können auch weitere Signale ausgewertet werden, beispielsweise bei der optischen Nahfeldmikroskopie optische Signale in Reflexion oder Transmission, bei Verwendung von Kappilarsonden elektrochemische Signale etc.

45 Ergebnisse der neuartigen Einrichtung und dies neuartigen Verfahrens für die Rastersondenmikroskopie sind in Fig. 6 dargestellt.

Als Nahfeldmikroskop kann zur Aufnahme der Abbildung gem. Fig. 6 ein bei "R. Brunner, Entwicklung eines optischen Nahfeldmikroskopes zur Untersuchung biologischer Proben, Dissertation zur Erlangung des Doktorgrades der

55 Naturwissenschaften, Universität Ulm, 1998", deren Offenbarungsgehalt voll umfänglich in den der vorliegenden Anmeldung mit aufgenommen wird, beschriebenes Mikroskop verwendet werden. In diesem Mikroskop wird ein piezoelektrisches System zur Scherkraftmessung eingesetzt wird.

60 Die in Fig. 6 dargestellte Probe ist ein Styrol-Butadien-Styrol Polymer. Die Topographie dieses Polymeren konnte mit Hilfe der herkömmlichen Methode der Scherkraftregelung nicht abgebildet werden, da die Oberfläche durch die ständige Wechselwirkung mit der Sonde verschmiert wurde. Mit Hilfe der neuen Abbildungs-Methode ist es nun möglich, die topographischen Strukturen dieser Probe aufzulösen.

65 Die periodische Änderung des Abstandes der Sonde zur Oberfläche kann, wie zuvor ausgeführt, auch in anderen Ra-

stersondenmikroskopiemethoden als der Nahfeldoptik verwendet werden, beispielsweise in der Kraft- und/oder elektrochemischen Mikroskopie.

Patentansprüche 5

1. Verfahren zur Bestimmung des Abstandes einer Rastersonde (1) eines Rastersondenmikroskopes von einer zu untersuchenden Probenoberfläche (5) umfassend die folgenden Schritte: 10
  - 1.1 die Rastersonde (1) wird zu Schwingungen lateral zu einer zu untersuchenden Oberfläche (5) angeregt;
  - 1.2 wenigstens ein Amplituden- und/oder Frequenz- und/oder Phasensignal der schwingenden Rastersonde (1) werden aufgenommen; das Verfahren ist **dadurch gekennzeichnet**, daß 15
  - 1.3 der Schwingung der Rastersonde (1) lateral zu der zu untersuchenden Probenoberfläche (5) eine vertikal oszillierende Bewegung von Rastersonde 20 und zu untersuchender Probenoberfläche relativ zueinander überlagert ist und
  - 1.4 aus dem Amplituden- und/oder Frequenz- und/oder Phasensignal mindestens der Abstand von Rastersonde zu Probenoberfläche bestimmt 25 wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Rastersonde relativ zur Probenoberfläche vertikal oszilliert.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Rastersonde vertikal fixiert ist und die Probe vertikal oszilliert. 30
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die vertikal oszillierende Bewegung sinusförmig ist.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Amplitude der vertikal oszillierenden Bewegung im Bereich von 10 nm bis 1 µm liegt. 35
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Frequenz der vertikal oszillierenden Bewegung im Bereich 10 Hz bis 10 KHz liegt.
7. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Rastersonde eine optische Nahfeldspitze ist. 45
8. Abstandsregelverfahren für ein optisches Rastersondenmikroskop, wobei der Abstand von Sonde und Probenoberfläche gemäß einem Verfahren der Ansprüche 1 bis 8 bestimmt wird, dadurch gekennzeichnet, daß 50 die Rastersonde (1) bis zum Erreichen eines vorbestimmten Amplituden- und/oder Frequenz- und/oder Phasenwertes an die Probe (5) angenähert und dann von ihr abgefahren wird.
9. Abbildungsverfahren von Probenoberfläche und/ oder Probentopographien mittels Rastersondenmikroskopie, wobei die Rastersonde (1) des Rastersondenmikroskopes lateral zur Oberfläche zu Schwingungen angeregt wird, dadurch gekennzeichnet, daß der lateralen Bewegung der Rastersonde eine oszillierende Bewe- 55 gung derselben senkrecht zur Probenoberfläche bzw. in vertikaler Richtung überlagert ist.
10. Abbildungsverfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Rastersonde relativ zur Probenoberfläche vertikal oszilliert. 60
11. Abbildungsverfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Rastersonde vertikal fixiert ist und die Probenoberfläche vertikal oszilliert. 65

12. Abbildungsverfahren nach einem der Ansprüche 9 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die vertikal oszillierende Bewegung sinusförmig ist.
13. Abbildungsverfahren nach einem der Ansprüche 9 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Amplitude der vertikal oszillierenden Bewegung im Bereich 10 nm bis 1 µm liegt.
14. Abbildungsverfahren gemäß einem der Ansprüche 9 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Frequenz der vertikal oszillierenden Bewegung im Bereich 10 Hz bis 10 KHz liegt.
15. Abbildungsverfahren gemäß einem der Ansprüche 9 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß das Abbildungsverfahren ein Abstandsregelverfahren gemäß Anspruch 8 verwendet.
16. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Rastersonde eine optische Nahfeldsonde für die optische Nahfeldmikroskopie ist.
17. Rastersondenmikroskop, insbesondere naheldoptisches Mikroskop, mit
  - 17.1 mindestens einer Rastersonde (1);
  - 17.2 mindestens einer Halterung für eine zu untersuchende Probenoberfläche (5);
  - 17.3 mindestens einer Einrichtung zum Anregen von oszillierenden Bewegungen der Rastersonde wenigstens in der Ebene der zu untersuchenden Probenoberfläche; dadurch gekennzeichnet, daß 17.4 das Rastersondenmikroskop Mittel zum Anregen oszillierender Bewegungen senkrecht zur zu untersuchenden Probenoberfläche umfaßt.
18. Mikroskop gemäß Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, daß die Einrichtung zum Anregen oszillierender Bewegungen wenigstens ein Piezoelement umfaßt.
19. Mikroskop gemäß Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, daß die Mittel zum Anregen oszillierender Bewegungen senkrecht zur Probenebene ein Piezoelement umfassen.
20. Mikroskop gemäß einem der Ansprüche 17 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß eine Einrichtung zur Aufnahme des Amplituden- und/oder Frequenzsignales der erzwungenen, oszillierenden Bewegung in Abhängigkeit vom Abstand der Rastersonde zur Probenoberfläche vorgesehen ist.
21. Mikroskop gemäß einem der Ansprüche 17 bis 20, dadurch gekennzeichnet, daß das Nahfeldmikroskop eine Steuer-/Regeleinrichtung zur Steuerung/Regelung des Abstandes von der zu untersuchenden Probenoberfläche umfaßt, wobei ein Abstandsregelverfahren gemäß Anspruch 9 verwendet wird.
22. Mikroskop gemäß einem der Ansprüche 17 bis 21, dadurch gekennzeichnet, daß die Rastersonde eine Nahfeldspitze zur optischen Nahfeldmikroskopie umfaßt.

---

Hierzu 7 Seite(n) Zeichnungen

---

**- Leerseite -**

Fig. 1

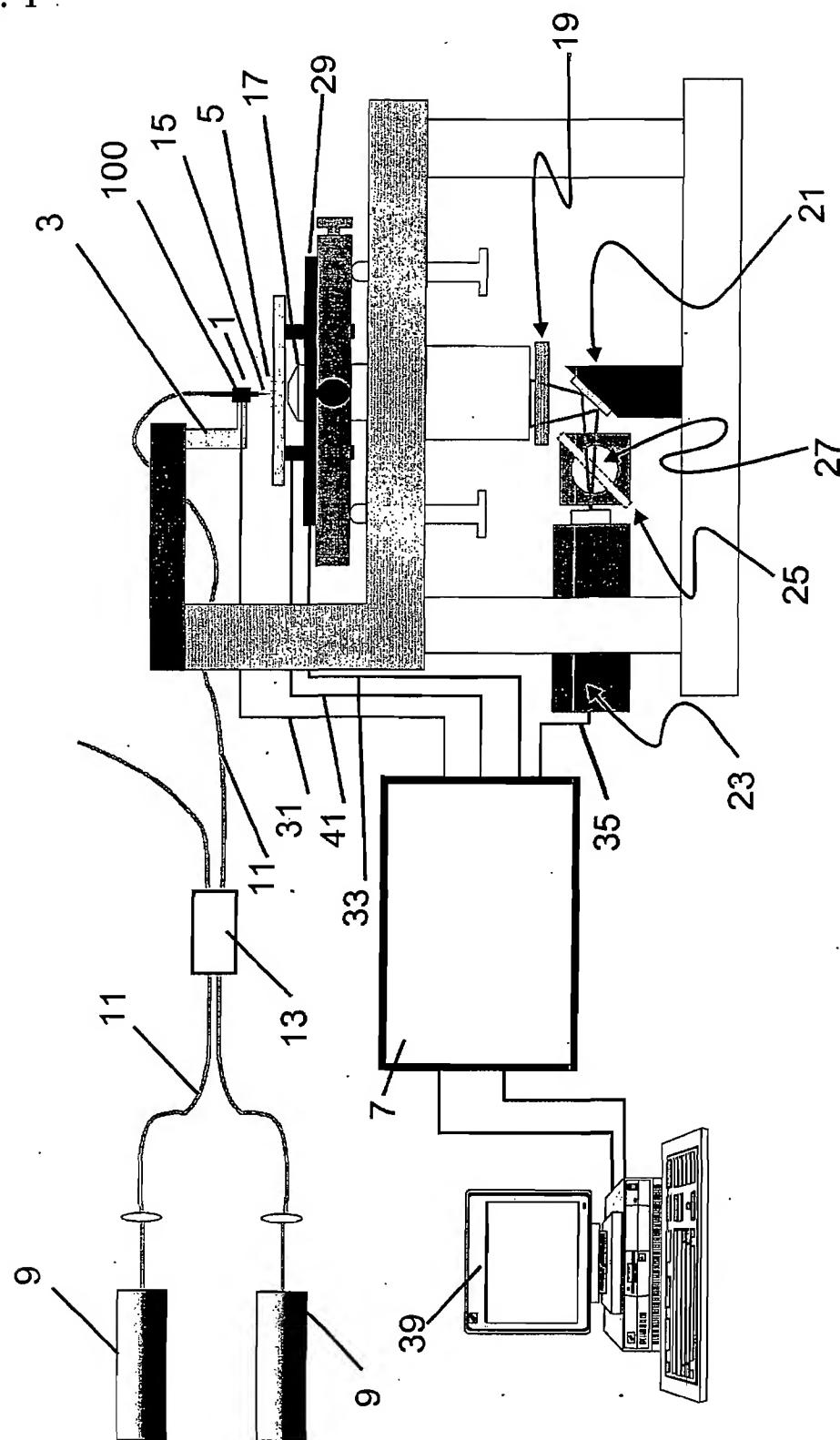


Fig. 2

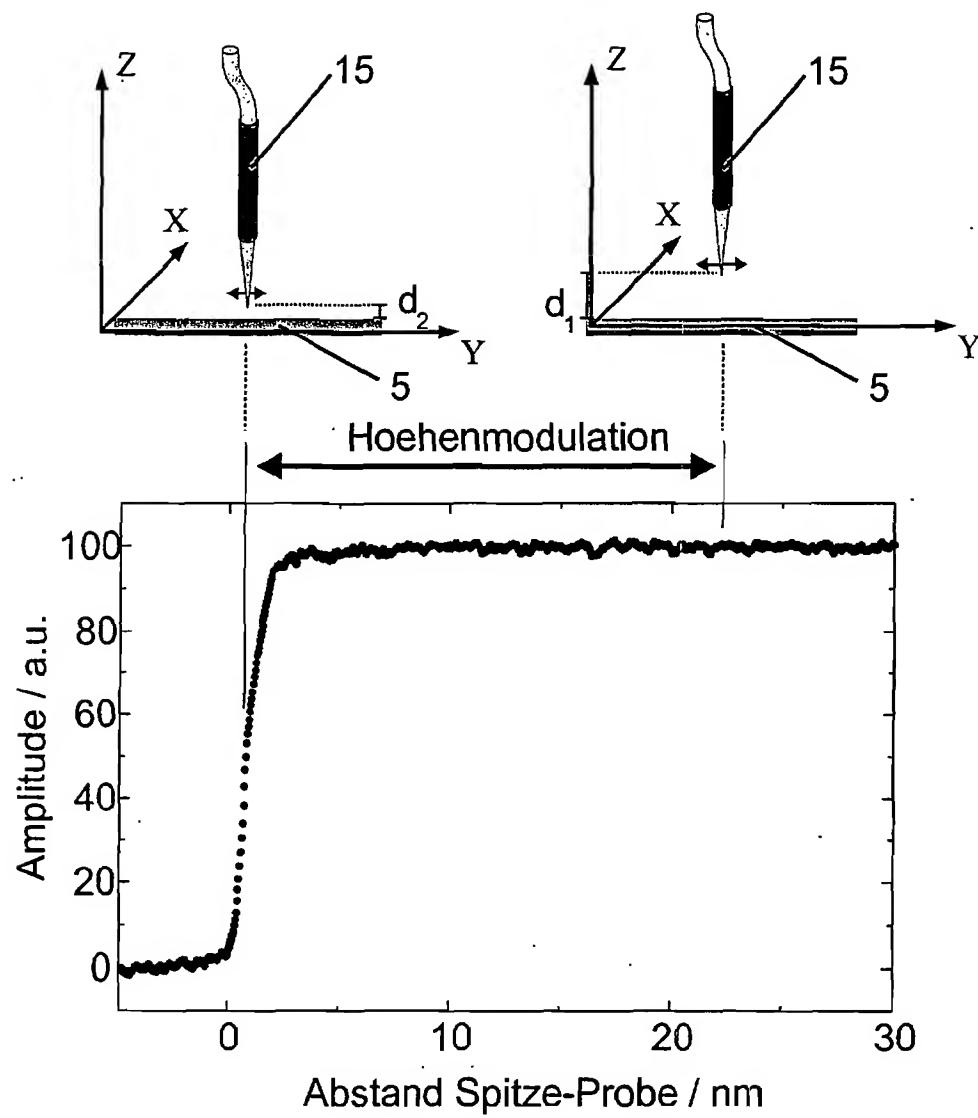


Fig. 3a

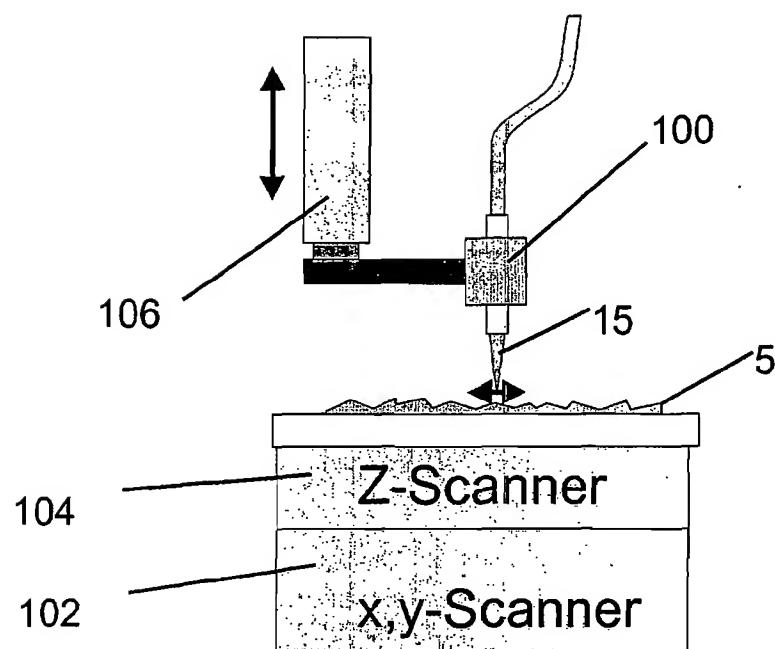


Fig. 3b

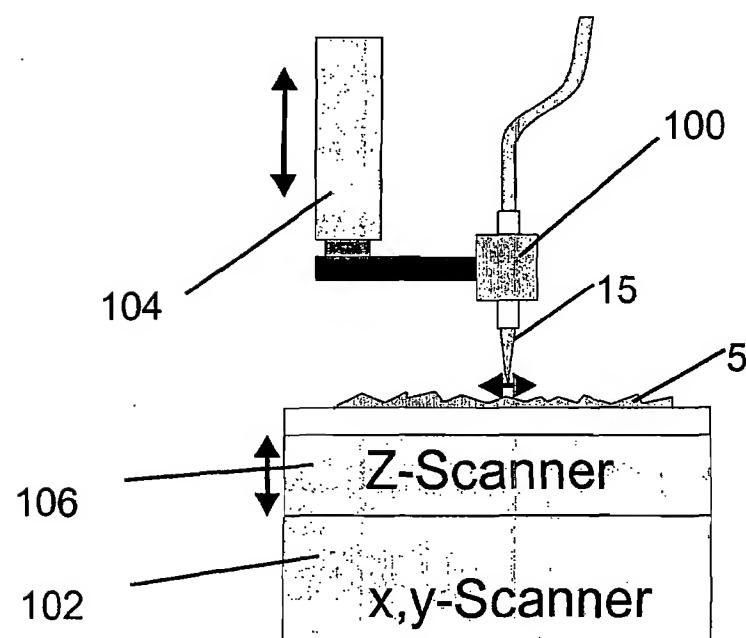


Fig. 3 c

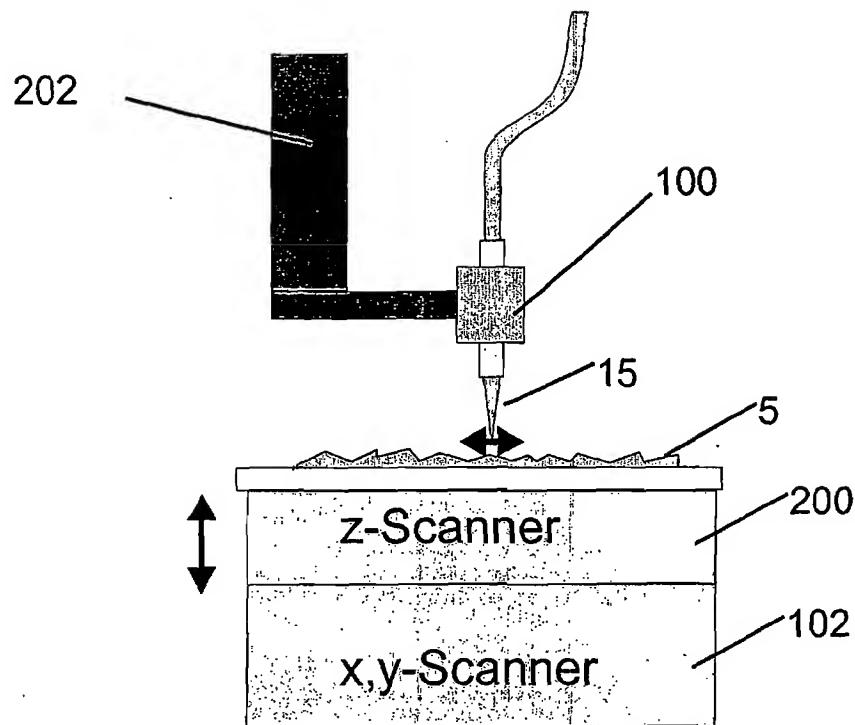


Fig. 3d

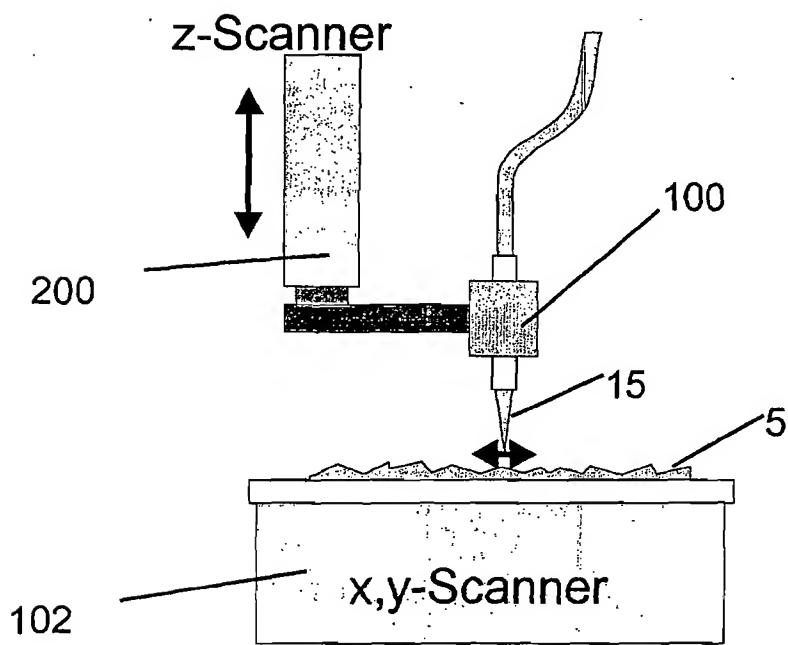
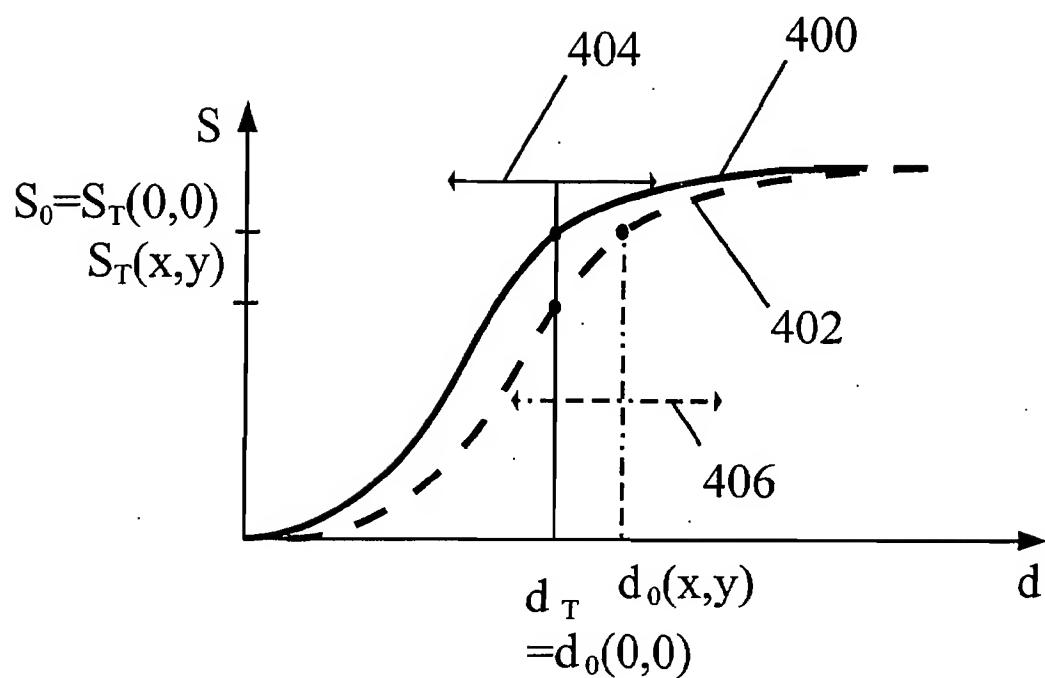


Fig. 4



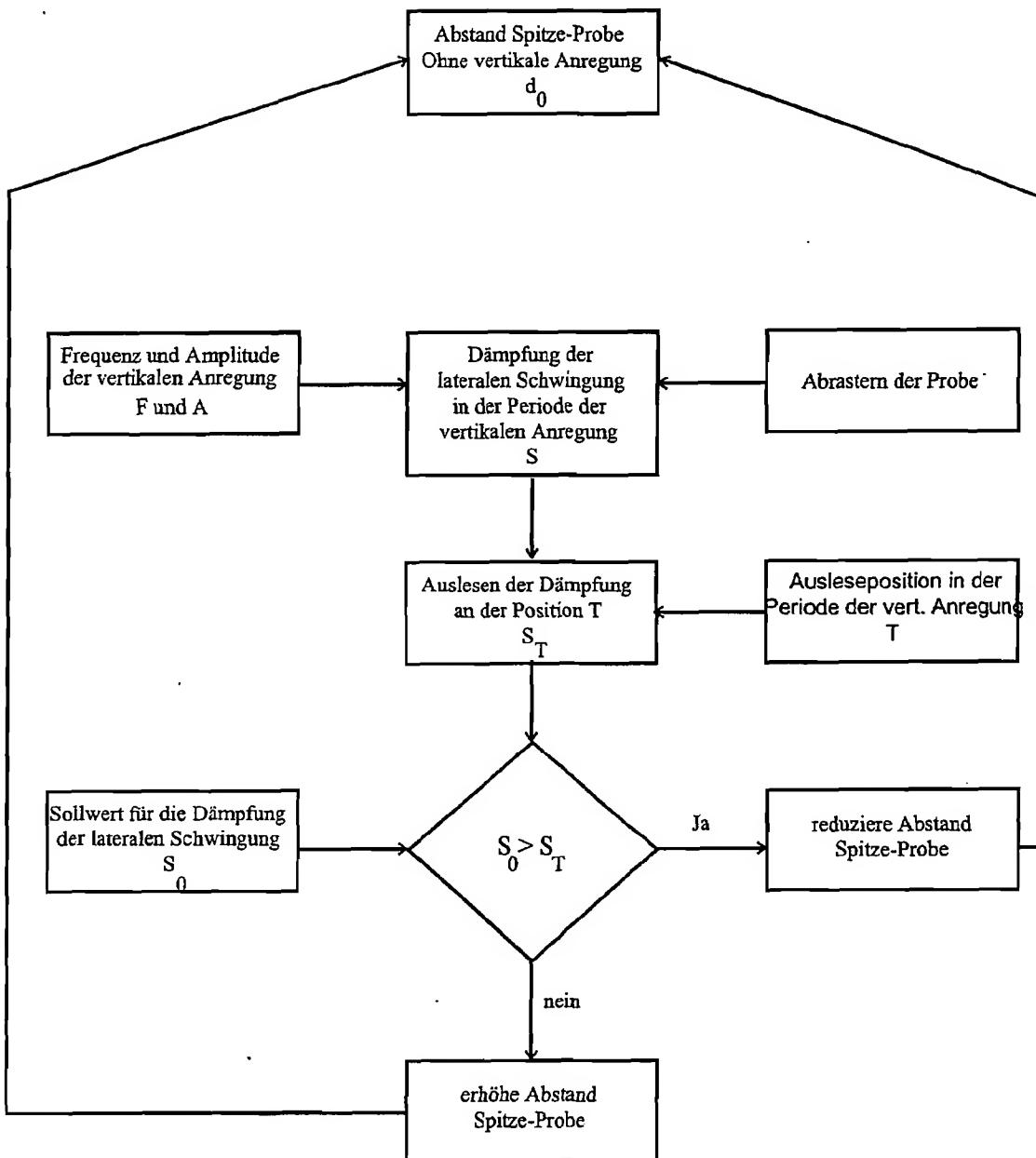


Fig. 5

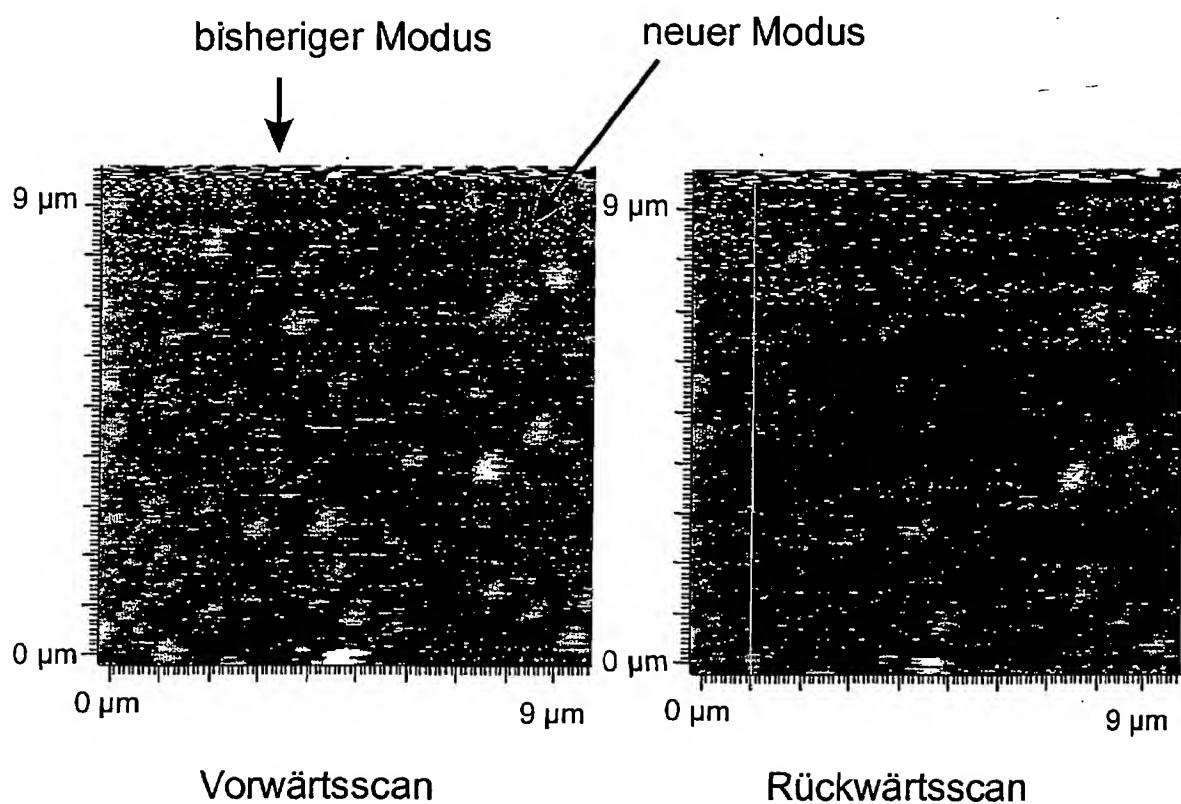


Fig. 6